

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-033516

(43)Date of publication of application : 03.02.1995

(51)Int.Cl.

C04B 35/20

H01B 3/12

H01F 1/10

(21)Application number : 05-155559

(71)Applicant : FINE CERAMICS CENTER
AISIN SEIKI CO LTD
NGK SPARK PLUG CO LTD

(22)Date of filing : 25.06.1993

(72)Inventor : SUGIURA HIROTANE
FUKUI TAKEHISA
HIGASHIDA YUTAKA
KADOOKA TSUTOMU

(54) MGO-SiO₂ PORCELAIN AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce an/MgO-SiO₂ porecelain having excellent electric properties by obtaining the mixed sintered product of a forsterite phase and/or an enstatite phase.

CONSTITUTION: This MgO-SiO₂ porcelain comprises a dense mixed sintered product having a forsterite phase and/or an enstatite phase and having an MgO/ SiO₂ molar ratio of 2.5/1 to 2/1.7, a dielectric constant of 6.4-7.5 and a dielectric dissipation factor of $\leq 1 \times 10^{-4}$.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 02.03.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3083681

[Date of registration] 30.06.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-33516

(43)公開日 平成7年(1995)2月3日

(51)Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/20				
H 0 1 B 3/12	3 3 3	9059-5G		
H 0 1 F 1/10				
			C 0 4 B 35/ 20	
			H 0 1 F 1/ 10	
			審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 11 頁)	

(21)出願番号 特願平5-155559

(22)出願日 平成5年(1993)6月25日

(71)出願人 000173522

財団法人ファインセラミックスセンター

愛知県名古屋市熱田区六野2丁目4番1号

(71)出願人 000000011

アイシン精機株式会社

愛知県刈谷市朝日町2丁目1番地

(71)出願人 000004547

日本特殊陶業株式会社

愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

(72)発明者 杉浦 裕胤

愛知県碧南市錦町二丁目51番地

(74)代理人 弁理士 岡田 英彦 (外2名)

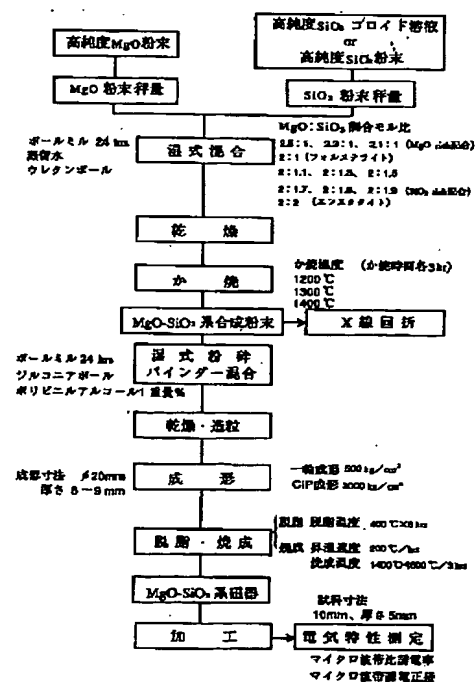
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 MgO-SiO₂ 系磁器及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】 フォルステライト相及び／又はエンスタタイト相との混成焼結体を得ることにより、優れた電気的性質を有するMgO-SiO₂系磁器を提供すること。

【構成】 フォルステライト相及び／又はエンスタタイト相を有する緻密な混成焼結体であって、MgOとSiO₂のモル比の範囲が2.5対1から2対1.7、比誘電率が6.4～7.5、誘電正接が1×10⁻⁴以下であることを特徴とするMgO-SiO₂系磁器。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 フォルステライト相及び／又はエンスタタイト相を有する緻密な混成焼結体であって、 MgO と SiO_2 のモル比の範囲が 2.5 対 1 から 2 対 1.7、比誘電率が 6.4～7.5、誘電正接が 1×10^{-4} 以下であることを特徴とする MgO-SiO_2 系磁器。

【請求項 2】 請求項 1 において、混成焼結体中に含まれる不純物が、 Al_2O_3 0.50% 以下、 CaO 0.50% 以下、 Fe_2O_3 0.50% 以下、 Na_2O 0.50% 以下、 ZrO_2 0.50% 以下であることを特徴とする MgO-SiO_2 系磁器。

【請求項 3】 (1) MgO 粉末と SiO_2 粉末又は SiO_2 コロイド溶液とを MgO と SiO_2 のモル比が 2.5 対 1 から 2 対 1.7 の範囲で混合しか焼する工程と、
(2) 前記工程で得た焼粉を平均粒径 $3 \mu\text{m}$ 以下に粉碎して MgO-SiO_2 系合成粉末とする工程と、
(3) この MgO-SiO_2 系合成粉末を加圧成形してなる成形品を焼成してフォルステライト及び／又はエンスタタイト組成の MgO-SiO_2 系磁器とする工程、とからなることを特徴とする MgO-SiO_2 系磁器の製造方法。

【請求項 4】 請求項 3 において、 MgO-SiO_2 系磁器に含まれる不純物を、 Al_2O_3 0.50% 以下、 CaO 0.50% 以下、 Fe_2O_3 0.50% 以下、 Na_2O 0.50% 以下、 ZrO_2 0.50% 以下に制御することを特徴とする MgO-SiO_2 系磁器の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、フォルステライト相及び／又はエンスタタイト相の混成焼結体に関し、詳しくは MgO と SiO_2 のモル比を 2.5 対 1 から 2 対 1.7 までの範囲で変えた高純度な MgO-SiO_2 系磁器及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、 MgO-SiO_2 系磁器の代表的なものとしては、フォルステライト ($2\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$) 磁器、ステアタイト ($\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$) 磁器があるが、いずれも低い誘電正接を有し、低損失誘電体材料として高周波領域の絶縁材、基板材として用いられている。このうちフォルステライト磁器に関しては、高純度な原料を用いて高純度のフォルステライト磁器を得ることにより、さらにその電気的特性を高め得ることが本発明者らにより確認されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、ステアタイト磁器に関しては、難焼結性で高純度で緻密な焼結体を得ることができないため、より電気的特性を高めたステアタイト磁器を得ることが困難であった。また、ステア

タイト磁器とフォルステライト磁器は共に電気的性質に優れるものである一方、またそれぞれに特徴を持った焼結体であり、双方の電気的性質を生かしてより電気的に優れる磁器を得ることが望まれる。さらに、高純度な磁器にあっても、磁器の用途に応じて適切な電気的特性を得ることが必要である。

【0004】 そこで、本発明は、フォルステライト相及び／又はエンスタタイト相との混成焼結体を得ることにより、優れた電気的性質を有する MgO-SiO_2 系磁器を提供することを目的とする。また、本発明は、電気的性質に優れるとともに用途に応じた適切な電気的性質を得ることができる MgO-SiO_2 系磁器の製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記した課題を解決するためにフォルステライト ($2\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$) 組成周辺の MgO-SiO_2 組成の合成磁器粉末の合成条件及びこれらの合成磁器粉末成形品の焼結条件を探索した結果、焼結性を低下させることなく電気的性質に優れる緻密な焼結体を製造しうることを見いだしたのである。すなわち、前記した課題を解決するための手段として、本発明者らは、フォルステライト相及び／又はエンスタタイト相を有する緻密な混成焼結体であって、 MgO と SiO_2 のモル比の範囲が 2.5 対 1 から 2 対 1.7、比誘電率が 6.4～7.5、誘電正接が 1×10^{-4} 以下であることを特徴とする MgO-SiO_2 系磁器を創作した。

【0006】 さらに、前記混成焼結体中に含まれる不純物が、 Al_2O_3 0.50% (重量%を意味するものとする。以下同じ。) 以下、 CaO 0.50% 以下、 Fe_2O_3 0.50% 以下、 Na_2O 0.50% 以下、 ZrO_2 0.50% 以下であることを特徴とする MgO-SiO_2 系磁器を創作した。

【0007】 また、前記した他の課題を解決するための手段として、(1) MgO 粉末と SiO_2 粉末又は SiO_2 コロイド溶液とを MgO と SiO_2 のモル比が 2.5 対 1 から 2 対 1.7 の範囲で混合しか焼する工程と、
(2) 前記工程で得た焼粉を平均粒径 $3 \mu\text{m}$ 以下に粉碎して MgO-SiO_2 系合成粉末とする工程と、
(3) この MgO-SiO_2 系合成粉末を加圧成形してなる成形品を焼成してフォルステライト及び／又はエンスタタイト組成の MgO-SiO_2 系磁器とする工程、とからなることを特徴とする MgO-SiO_2 系磁器の製造方法を創作した。さらに、この MgO-SiO_2 系磁器の製造方法において、 MgO-SiO_2 系磁器に含まれる不純物を、 Al_2O_3 0.50% 以下、 CaO 0.50% 以下、 Fe_2O_3 0.50% 以下、 Na_2O 0.50% 以下、 ZrO_2 0.50% 以下に制御することを特徴とする MgO-SiO_2 系磁器の製造方法を創作した。

【0008】前記MgO粉末及び前記SiO₂粉末とは、天然に存在する原料でなく、適宜手段により不純物が排除され精製されたものをいう。ここに、不純物としてはAl、Ca、Fe、Na等が挙げられ、これらの不純物が制御されたMgO粉末あるいはSiO₂粉末であることが好ましい。また、前記SiO₂コロイド溶液とは、前記不純物が制御されたコロイド溶液であることが好ましい。

【0009】前記か焼は、成形品の焼結時における焼成収縮率を低減するとともに成分の均一化に伴う特性の安定化のために行われる。か焼は、たとえば1200～1400℃で2～4時間行われ、か焼後のか焼粉の組成中にはフォスセライト相あるいはエンスタタイト相の他、MgO相、SiO₂相が形成される。

【0010】か焼した各組成のか焼粉の粉碎は、例えばジルコニアボールを用いたボールミルにて行うことができる。粉碎は、か焼粉の平均粒径を平均3μm以下にすることを主体として行われる。MgO-SiO₂系磁器粉末の粒径が大きいと、焼結時の焼結性が悪く、緻密な焼結体を得ることができないからである。粉碎の工程においては、必要に応じてバインダとしてポリビニルアルコールやメチルセルロース等の所定量が同時に混合され、粉碎されMgO-SiO₂系合成粉末とされる。なお、バインダ等の配合物も前記原料粉末等と同様に高純度のものを用いる。

【0011】前記成形品は適当な加圧成形手段により用途に応じた所定形状に成形される。成形品は、脱脂処理においてバインダ等の有機質の配合物が除去される。脱脂温度は有機質の配合物を焼失して除去しうる温度とされ、例えば300～500℃で4～7時間である。脱脂後は、続いて焼結される。焼成は、例えば、1400～1600℃で2時間で行われる。

【0012】本発明においては、原料粉末の秤量から、混合、か焼、粉碎、焼成の各工程において、混合物、か焼粉、合成粉末等に不純物が混入しないような材質や手段が用いられ、全工程を通じて常に純度について十分に配慮される。不純物は、Al₂O₃、CaO、Fe₂O₃、ZrO₂を主体とする。

【0013】

【作用】低誘電率でしかも誘電損失の少ない緻密なMgO-SiO₂系磁器であるため、信号の高速伝播が可能である。また、SiO₂原料及びMgO原料からMgO-SiO₂系の混合物が形成される。かかる混合物はか焼され、フォスセライト相、エンスタタイト相、SiO₂相、MgO相が形成され、これら各相のうち少なくとも常に2以上の相が混在する組成のか焼粉となる。か焼され粉碎された合成粉末は、不純物が規制されていることから、高純度のMgO-SiO₂系合成粉末となっており、高純度のMgO-SiO₂系磁器を得ることができるものとなっている。

【0014】また、MgO-SiO₂系合成粉末の平均粒子径を3μm以下に規制すること等により焼結助剤を不要とすることができ、焼結助剤によるガラス相の生成を排除して緻密かつ電気的特性に優れた磁器となる。さらに、フォスセライト組成及びそれよりもSiO₂リッチな組成にあつては、SiO₂の過剰添加による液相生成などにより焼結温度が低下しているものと思われる。

【0015】

【実施例】以下に本発明を具現化した一実施例について図1ないし図3並びに表1ないし表6に基づいて説明する。なお、本例は本発明の一例であり、本発明はこれに限定されるものではない。

【実施例1】まず、原料として高純度MgO粉末と高純度SiO₂粉末を用意する。本例では、MgO粉末として平均粒径0.08～0.10μm、比表面積26.03m²/gのものをを用い、SiO₂粉末として、0.82μm、比表面積1.78m²/gのものをを用いた。なお、用いる原料粉末の粒度は、か焼において十分に反応する程度のものでよい。本例に用いたMgO粉末及びSiO₂粉末の純度についての分析結果は表1に示す通りである。なお、表1において、各成分の数値単位は重量%であり、一印は0.001%以下であることを示す。

【0016】

【表1】

原料粉末 不純物	MgO粉末	SiO ₂ 粉末
MgO	99.96	0.0004
SiO ₂	0.0020	99.95
Al ₂ O ₃	0.0032	0.040
CaO	0.0035	0.007
Fe ₂ O ₃	0.0004	0.022
ZrO ₂	—	—
B ₂ O ₃	0.0002	—
Na ₂ O	—	0.003
BaO	—	0.002
TiO ₂	—	0.002
K ₂ O	—	0.004

単位：%

【0017】次に、図1にしたがって本例のMgO-SiO₂系磁器を作製する工程を説明する。MgOとSiO₂のモル比が2.5:1、2.3:1、2.1:1、2:1（フォルステライト組成）、2:1.1、2:1.3、2:1.5、2:1.7、2:1.8、2:1.9、2:2（エンスタタイト組成）（計11種類）となるように前記高純度MgO粉末及び高純度SiO₂粉末を秤量し、蒸留水を加えた後、ウレタンボールを用いてボールミルで24時間混合し均一な混合物a~kと

した。この各混合物a~kにつき、所定条件下で乾燥後、それぞれI:1200℃、II:1300℃及びIII:1400℃の3種の温度で、それぞれ3時間か焼し、各温度につきか焼粉Ia~Ik、IIa~IIk、IIIa~IIIkを得た。これらか焼粉Ia~IIIkにつき、X線回折にてMgO-SiO₂組成を確認した結果を表2に示す。

【0018】

【表2】

か焼温度	I : 1200℃			II : 1300℃			III : 1400℃		
MgO/SiO ₂	P1	P2	P3	P1	P2	P3	P1	P2	P3
MgO rich									
a 2.5:1	F	M	S	F	M		F	M	
b 2.3:1		↑	↓		↑	S		↑	
c 2.1:1			S		M	E		M	E
d 2:1		M S			EM↓				EM
e 2:1.1		↓	M		E MS			E	
f 2:1.3	F	S			S		F	E	
g 2:1.5	S	F					E	F	
h 2:1.7									
i 2:1.8									
j 2:1.9	↓				↓		↓		
k 2:2	S	F	M	F	ES		E	F	
SiO ₂ rich									

P1: メインとなるピーク

P2: 明らかに存在が認められるピーク（メインピークの10%以上）

P3: わずかに存在が認められるピーク

F: フォルステライト

E: エンスタタイト

M: MgO

S: SiO₂

↓↑: 矢印の配合方向にピークが増大することを示す

【0019】表2から明らかなように、各焼粉I a～III kのMgO-SiO₂の組成は、SiO₂リッチな焼粉であるか焼粉I g～I k及びIII g～III k以外のいずれの焼粉についてもフォスフェイト相を主体としていた。また、いずれの焼粉I a～III kでも、フォスフェイト組成からMgOリッチになるほどMgO相が多く、SiO₂リッチになるほどSiO₂相あるいはエンスタイト相が増える傾向があった。さらに、フォスフェイト組成の焼粉I d～III dであってもフォスフェイトの単一相は形成されなかった。

【0020】このようにフォスフェイト単一相でない焼粉I a～III kを、ボールミルを用いて平均粒径が

3 μm以下になるように粉碎するとともに、バインダとしてポリビニルアルコールを1重量%加えてさらに粉碎混合し、合計24時間粉碎処理してMgO-SiO₂系合成粉末I a～III kを得た。各合成粉末I a～III kの粉碎後の平均粒径及び粒度分布をレーザ回折散乱法を用いて測定した。そのうち、平均粒径を表3に示す。測定された平均粒径はIII dを除きいずれも1 μm以下であった。粒度分布の一例として、合成粉末II dの粒度分布を図2に示す。なお、この図において、右のたて目盛りは棒グラフの尺度を示し、左のたて目盛りは線グラフの尺度を示す。

【0021】

【表3】

か焼温度	I	II	III
合成粉末の種類	1200℃	1300℃	1400℃
a:2.5:1	0.99	0.86	—
b:2.2:1	0.93	0.86	—
c:2.1:1	0.87	0.86	—
d:2:1	0.84	0.91	1.46
e:2:1.1	0.87	0.92	—
f:2:1.3	0.94	0.90	—
g:2:1.5	0.95	0.89	—
h:2:1.7	0.92	0.83	—
i:2:1.8	0.90	0.85	—
j:2:1.9	—	—	—
k:2:2	—	—	—

単位: μm, —: 未測定

【0022】このMgO-SiO₂系合成粉末I a～I kを、それぞれ直径20mm、厚さ8～9mmの円柱形に成形した。成形は、まず500kg/cm²の一軸成形（仮成形）し、次いで3000kg/cm²でCIP成形（本成形）して成形品とした。

各成形品は加熱炉に入れ、室温から6時間で400℃とし、400℃で6時間加熱して脱脂後、続いて200℃/時間で昇温し、成形品が緻密化する焼成温度で2時間焼成した。ここにいる緻密化とは、焼成品の吸水率が0.1%以下で、気孔率が1%以下になった時をいうものとする。各焼結体の緻密化温度、両端短絡型誘電体円柱共振器法にて測定した比誘電率及び誘電正接を表4及

び図3に示す。なお、電氣的測定には、前記焼成品を加工して、直径10mm、厚さ5mmの円柱形としたものを用い、測定周波数は16GHz近辺で測定した。また、従来のフォスフェイト磁器イ～ハについての比誘電率及び誘電正接を表5に示す。ここに、従来のフォスフェイト磁器とは、高純度でなく、また、平均粒径が考慮されていない市販品である。なお、表5の測定値は、市販されている数社のフォスフェイト磁器を直径10mm、厚さ5mmの円柱形に加工し、前記焼結体と同様の測定法で16GHz近辺の周波数で測定したものである。

【0023】

【表4】

合成粉末の種類	緻密化温度 ℃	比誘電率 ϵ_r	誘電正接 $\tan \delta$ $\times 10^{-5}$
I a	1600	7.28	6.3
I b	1600	7.17	6.2
I c	1550	7.00	6.8
I d	1400	6.89	6.6
I e	1450	6.91	7.6
I f	1450	6.87	8.0
I g	1450	6.81	8.1
I h	1450	6.67	7.5
I i ~ I k	焼結せず	—	—

測定周波数：16GHz近辺 —：測定不可能

【0024】

【表5】

従 来 品	比誘電率 ϵ_r	誘電正接 $\tan \delta$ $\times 10^{-5}$
イ	6.7	99
ロ	6.6	100
ハ	6.8	94

測定周波数:16GHz近辺

【0025】表4及び図3より、合成粉末I a ~ I hを用いた焼結体は、1450℃から1600℃の範囲で緻密化することができる。すなわち、150℃範囲という広い温度範囲で緻密な焼結体を得られている。特に、合成粉末I aからI hの焼結体にあつては、1450℃で緻密化することができる。なお、合成粉末I i ~ I kについては、いずれも緻密な焼結体を得られなかった。これは、これらの合成粉末の分解溶融が生じるためと思われる。

【0026】また、合成粉末I a ~ I hに由来する焼結体において、合成粉末I a ~ I cの焼結体にあつては、 $6 \sim 7 \times 10^{-5}$ の誘電正接を有し、また合成粉末I d ~ I hの焼結体にあつては、 $7 \sim 8 \times 10^{-5}$ の誘電正接となっており、いずれも 1×10^{-4} 以下の低い誘電正接の磁器となっている。これは、従来のフォスフェライト磁器の誘電正接と比較すると、ほぼ1オーダの低減となっている（表5参照）。

【0027】さらに、合成粉末I a ~ I hに由来する焼結体は、フォスフェライト組成の合成粉末I dの焼結体の比誘電率6.8に対して、SiO₂リッチな組成の合成粉末I e ~ I hの焼結体にあつては、6.9 ~ 6.7の比誘電率が得られ、MgOリッチの合成粉末I a ~ I

cの焼結体にあつては、7.3 ~ 7.0の比誘電率が得られている。

【0028】すなわち、合成粉末I a ~ I gの焼結体にあつては、焼成温度が1450℃から1600℃の範囲で成形品を緻密化することができ、いずれの焼結体によっても、誘電正接を 1×10^{-4} 以下に規制することができる。特に、合成粉末I d ~ I hの焼結体にあつては、1450℃付近の焼成温度で緻密化し、比誘電率を6.5 ~ 7.0で、かつ誘電正接を $7 \sim 8 \times 10^{-5}$ とすることができる。また、合成粉末I a ~ I cの焼結体にあつては、1600℃で焼結して緻密化すれば、誘電正接を $6 \sim 7 \times 10^{-5}$ としつつも比誘電率を7.5前後まで高めることができるものとなっている。

【0029】なお、他の合成粉末I i ~ I k、I l a ~ I l hについてI a ~ I gの焼成において観察された緻密化温度、比誘電率及び誘電正接の傾向と同様の結果が得られている。合成粉末I a ~ I gの焼結体表面の電子顕微鏡写真をそれぞれ図4 ~ 図6に示す。図4 ~ 図6から明らかなように、いずれの合成粉末にあつても緻密な焼結体となっている。また、フォスフェライト組成からMgOリッチあるいはSiO₂リッチになるほど焼結体の粒成長が抑えられている。

【0030】さらに、得られた焼結体のX線回折の結果から、MgOとSiO₂のモル比が2:1.1から2:1.7の間の組成比の焼結体にあつては、フォスフェライト相とエンスタタイト相の2相のみが観察され、SiO₂リッチになるほどエンスタタイト相の量が増加していた。すなわち、エンスタタイトは難焼結性で従来よりガラス相を生成させることにより緻密な焼結と転移による劣化防止を行っていたが、本実施例においては、高純度下でしかもガラス相の生成なくして緻密な焼結体とすることができた。

【0031】表6に、本実施例の焼結体における不純物含有量の化学分析結果を示す。本実施例においては、不

純物が制御された原料を用い、工程においても不純物の混入が制御されているために、焼結体中の不純物量はほぼ使用する原料中に含まれる不純物量により決まることになるし、ほぼその通りの結果が表6に示されているように得られている。ただし、か焼粉の粉碎工程におい

て、 ZrO_2 ボールを用いているためジルコニア (ZrO_2) については、粉碎の際の摩滅による混入量が含まれている。

【0032】

【表6】

不純物 焼結体の組成	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	Na_2O	ZrO_2
I a	0.017	0.005	0.014	0.001	0.26
I h	0.024	0.005	0.010	0.002	0.24

単位：%

【0033】【実施例2】次に、 SiO_2 原料として SiO_2 粉末でなく SiO_2 コロイド溶液を用いて $MgO-SiO_2$ 磁器を製造する方法について説明する。 MgO 粉末としては、実施例1と同様のものを用い、 SiO_2 コロイド溶液として、溶媒が水で、 SiO_2 含量が、20～21重量%、粒子径10～20nm、pH2～4のものを用いた。この SiO_2 コロイド溶液の純度試験結果を表7に示す。

【0034】

【表7】

不純物	SiO_2 コロイド溶液中の含有量
SiO_2	20～21
MgO	0.0002
Al_2O_3	0.04
CaO	0.0005
Fe_2O_3	0.001
Na_2O	0.02
BaO	0.0004
TiO_2	0.001
ZrO_2	—
B_2O_3	—
K_2O	—

単位：%，—：0.001%以下

【0035】 MgO 粉末及び SiO_2 コロイド溶液を MgO と SiO_2 のモル比が2.5：1及び2：1.7と

なるようにそれぞれ秤量、混合して混合物p及びqとし、以下、実施例1と同様の工程に従い、1200℃及び1300℃でか焼し、か焼粉Ip及びIq、IIp及びIIqを得た。これらのか焼粉のX線回折の結果は、実施例1における同様の組成のか焼粉に対応していた。また、これらのか焼粉を粉碎して得た $MgO-SiO_2$ 合成粉末の平均粒径を表8に示す。いずれも平均粒径1μm以下であった。

【0036】

【表8】

か焼温度 か焼 粉の種類	I	II
	1200℃	1300℃
p	0.92	0.83
q	0.90	0.85

単位：μm

【0037】さらに、か焼粉Ip及びIqを実施例1と同様に成形して、同じ昇温条件で成形品が緻密化する焼成温度で2時間焼成した。各焼結体の緻密化温度、及び直径10mm、厚さ5mmの円柱形に加工し、実施例1と同様の測定法による16GHz近辺での比誘電率及び誘電正接を表9に示す。

【0038】

【表9】

合成粉末の種類	緻密化温度 ℃	比誘電率 ϵ_r	誘電正接 $\tan \delta \times 10^{-5}$
I p	1550	7.08	7.3
I q	1400	6.42	8.0

【0039】表9から明らかなように、SiO₂ リッチな合成粉末 I q に由来する焼結体にあつては、低い焼結温度で比誘電率の低い磁器を得られ、MgO リッチな合成粉末 I p に由来する焼結体にあつては、誘電正接の小さい磁器を得ることができた。すなわち、SiO₂ コロイド溶液を SiO₂ 原料として用いた場合であっても、MgO と SiO₂ のモル比が 2.5 : 1 から 2 : 1.7 の範囲で実施例 1 とほぼ同様に電氣的性質の優れた Mg

O-SiO₂ 磁器を得られ、また比誘電率を 7.1 ~ 6.4 の範囲で変え得ることが確認できた。

【0040】また、実施例 1 と同様に、MgO 粉末及び SiO₂ コロイド溶液よりなる焼結体における不純物含有量を化学分析により求めた結果を表10に示す。

【0041】

【表10】

不純物組成	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	ZrO ₂
I p	0.075	0.007	0.003	0.04	0.25
I q	0.11	0.006	0.002	0.06	0.22

単位：%

【0042】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明の MgO-SiO₂ 系磁器によれば、不純物が高度に制御された MgO-SiO₂ 系磁器であるため、低誘電損失でしかも低誘電率であり、信号の高速伝播を可能にする優れた回路基板など高周波絶縁体基板に適した材料となっている。本発明の MgO-SiO₂ 系磁器の製造方法によれば、MgO 粉末、SiO₂ 粉末あるいは SiO₂ コロイド溶液を原料として用い、さらには工程において不純物の混入を制御して MgO と SiO₂ のモル比が 2.5 対 1 から 2 対 1.7 の範囲で混合し、か焼して平均粒径を制御した合成粉末を得ることにより焼結性を低下させることなく従来のフォスフェライトに比べほぼ一桁以上低損失の電氣的性質（誘電正接が 1×10^{-4} 以下）を有する緻密な磁器を得ることができる。さらに、上記範囲の

MgO-SiO₂ 系磁器組成により、誘電正接（低損失性が 1×10^{-4} 以下）を維持しつつ比誘電率を 6.4 ~ 7.5 の範囲で調整することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の MgO-SiO₂ 系磁器を得る工程図。

【図2】MgO-SiO₂ 系合成粉末の粒度分布図。

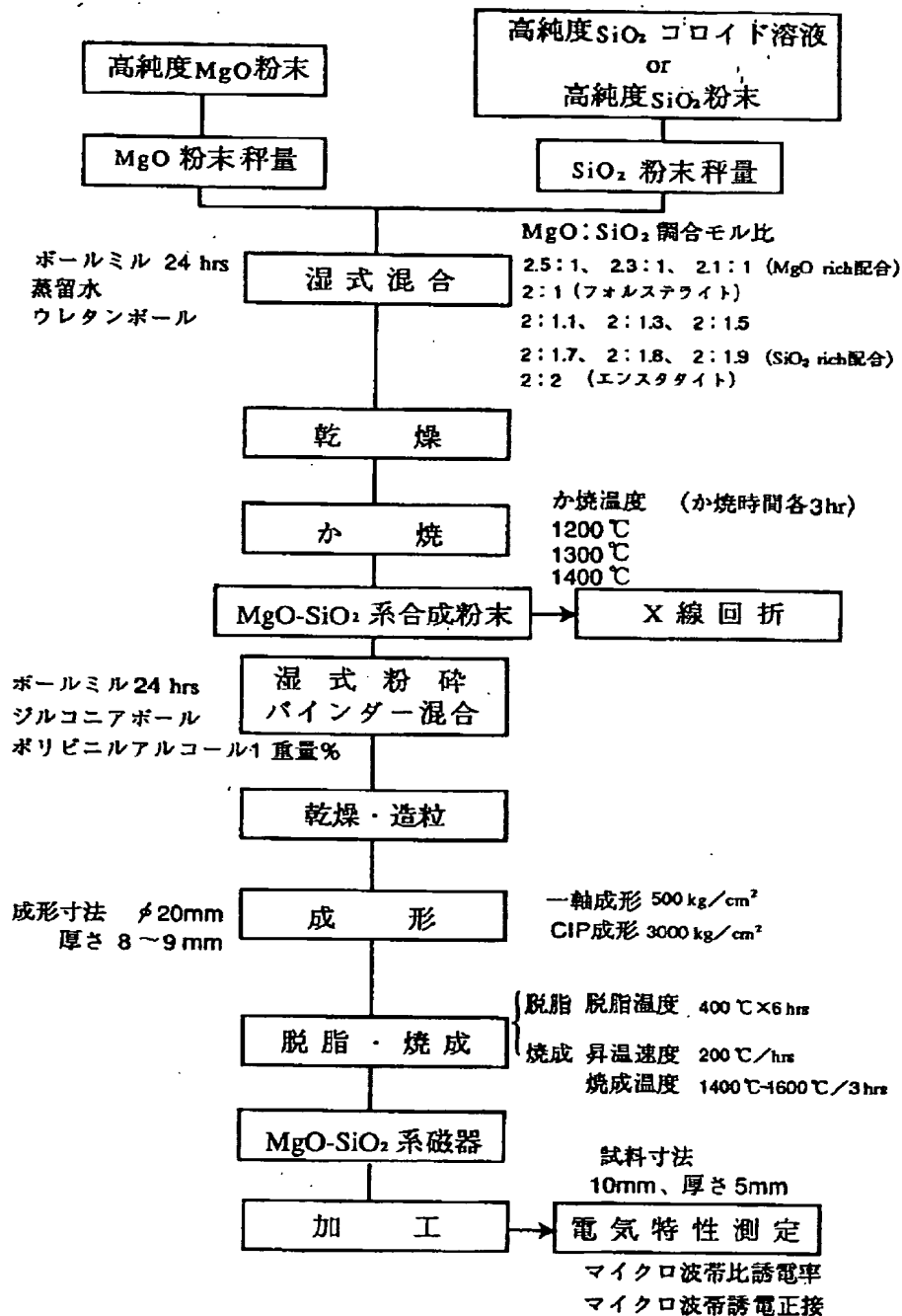
【図3】焼結体の緻密化温度、比誘電率及び誘電正接をそれぞれ表す図。

【図4】合成粉末 I a ~ I c の焼結体表面の電子顕微鏡写真（a）~（c）の図。

【図5】合成粉末 I d の焼結体表面の電子顕微鏡写真（d）の図。

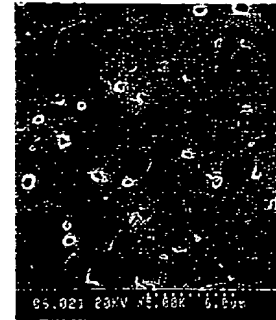
【図6】合成粉末 I e ~ I g の焼結体表面の電子顕微鏡写真（e）~（g）の図。

【図 1】

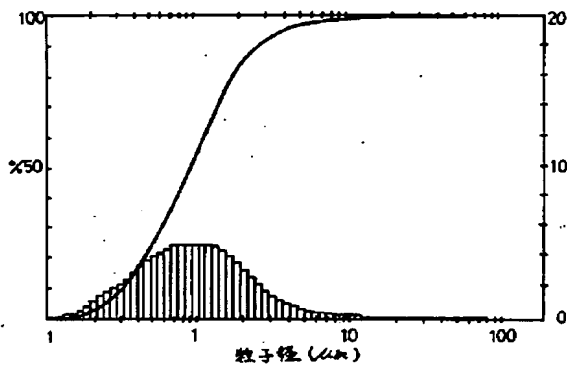


【図 5】

(d)

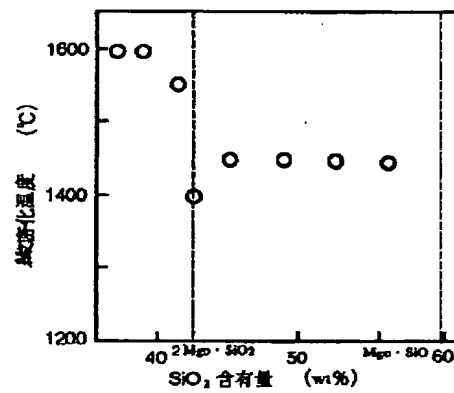


【図 2】

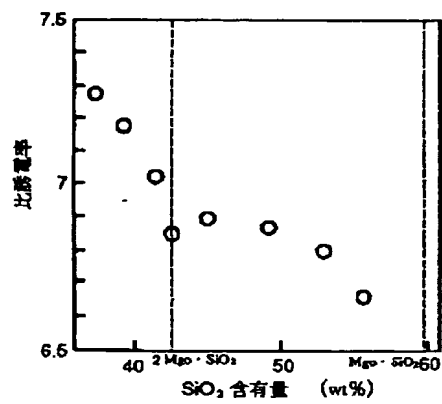


【図 3】

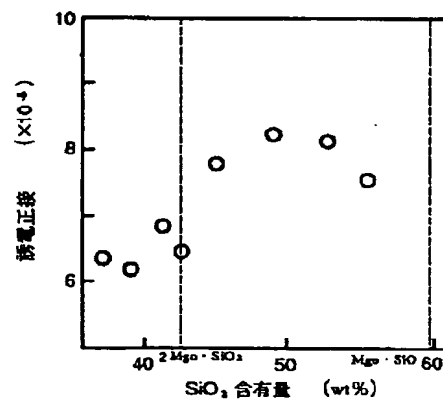
(a)



(b)

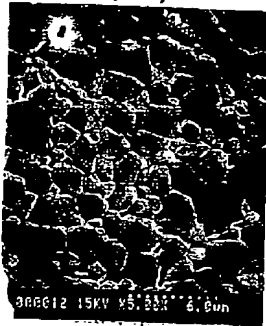


(c)

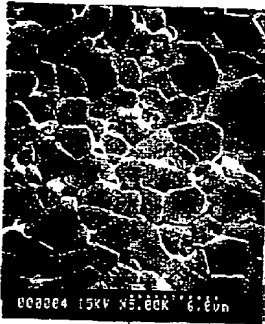


【図 4】

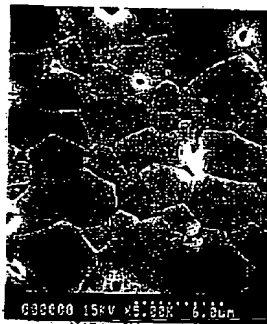
(a)



(b)



(c)

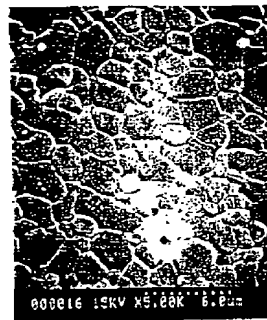


【図 6】

(e)



(f)



(g)



フロントページの続き

(72)発明者 福井 武久
愛知県大府市共和町六丁目28番地の3

(72)発明者 東田 豊
愛知県小牧市光ヶ丘二丁目18番地の3
(72)発明者 角岡 勉
愛知県刈谷市野田町段留25番地8